

EP04/3616

PA 1141055

# THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

United States Patent and Trademark Office

REC'D 03 JUN 2004

March 05, 2004

WIPO PCT

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A FILING DATE UNDER 35 USC 111.

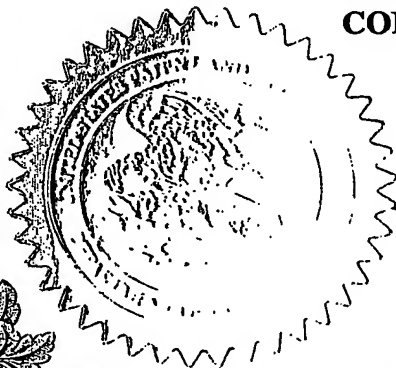
APPLICATION NUMBER: 60/457,926

FILING DATE: March 28, 2003

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

By Authority of the  
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS



*M. K. Hawkins*  
M. K. HAWKINS

Certifying Officer

BEST AVAILABLE COPY

60457926-032803

A/PB

CUSTOMIZED PTO/SB/16 (10-01)

## PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT COVER SHEET

This is a request for filing a **PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT** under 37 CFR 1.53(c).

## INVENTOR(S)

Given Name (first & middle if any)	Family Name or Surname	Residence (City & either State or Country)
1. Eric	1. DUBOIS	1. Hannut, Belgium
2. Dino	2. FERHATOVIC	2. Windsor, Ontario, Canada

## TITLE OF THE INVENTION

## CORRESPONDENCE ADDRESS

Direct all correspondence to:

☒ Name: Ross F. Hunt, Jr.

At the (below) address of Customer Number

00881

## ENCLOSED APPLICATION PARTS (check all that apply)

☒ Specification-Number of Pages = 12

..... CD(s), Number

☒ Drawing(s)-Number of Sheet(s) = 1..... English Translation of  
☒ ABSTRACT

## METHOD OF PAYMENT OF FILING FEES FOR THIS PROVISIONAL APPLICATION

..... Applicant claims small entity status.

☒ A check is enclosed to cover the filing fee for a LARGE ENTITY = \$ 160☒ If no or an insufficient check is enclosed and a fee is due in connection herewith, the Commissioner is authorized to charge any fee or additional fee due in connection herewith to Deposit Account No. 12-0555.

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

☒ No.

..... Yes, name of U.S. Government agency and the Government contract number are:

Respectfully submitted,

Date: 3/28/03

Signature:

Douglas E. Jackson

Registration No.: 28518

Name: Douglas E. Jackson

Docket No.: P07907US00

Telephone: 703-739-4900

Facsimile No. 703-739-9577

LARSON &amp; TAYLOR, PLC • 1199 North Fairfax St. • Suite 900 • Alexandria, VA 22314

Réservoir à carburant en matière plastique multicouche et procédé pour  
fabriquer un tel réservoir

La présente invention concerne un réservoir à carburant en matière plastique multicouche.

Les réservoirs à liquides et à gaz en usage dans l'industrie ou embarqués dans les véhicules de nature diverse doivent généralement satisfaire à des normes d'étanchéité et de perméabilité en rapport avec le type d'usage pour lequel ils sont conçus et les exigences en matière d'environnement qu'ils doivent respecter. On assiste actuellement, tant en Europe que dans le monde à un renforcement considérable des exigences concernant la limitation des émissions de polluants dans l'atmosphère et la nature en général. La conception de réservoirs à liquides et à gaz évolue en conséquence rapidement vers des techniques capables de mieux garantir l'étanchéité et la sécurité sous des conditions variées d'utilisation. Par ailleurs, on s'est aussi efforcé de réduire au maximum les pertes ayant pour origine les canalisations et accessoires divers liés aux réservoirs. Un moyen parfois utilisé a été d'incorporer certains accessoires et canalisations à l'intérieur des réservoirs, éliminant ainsi leur interface avec l'atmosphère extérieure.

D'autre part, on a fait usage de réservoirs à structures multicouches incluant une ou plusieurs couches en matériau imperméable. L'incorporation d'accessoires dans de tels réservoirs pose le problème de l'obturation étanche et imperméable de l'ouverture pratiquée dans ces réservoirs, afin de pouvoir y insérer les accessoires. Par ailleurs, les émissions provenant des accessoires prennent une importance relative beaucoup plus grande s'agissant de réservoirs multicouches dont la perméabilité propre est sensiblement plus faible que les réservoirs classiques.

On connaît le brevet européen EP-0 732 363-B1 qui décrit un procédé pour la fabrication d'un réservoir à carburant à perméabilité faible aux hydrocarbures et aux alcools par addition à la matière plastique d'une polyalkylèneimine, traitement de sulfonation de la paroi interne du réservoir au moyen de  $\text{SO}_3$  et neutralisation au moyen d'un composé polyaminé.

Ce procédé s'adresse cependant au traitement par sulfonation du réservoir lui-même et ne décrit pas le traitement d'accessoires montés sur celui-ci. Par ailleurs, il n'est pas fait mention dans le brevet EP-0 732 363-B1 de réservoirs à structure multicouche.

La présente invention a pour but de fournir un réservoir à carburant en matière plastique multicouche qui comporte des pièces accessoires en matière plastique et qui respecte néanmoins les normes les plus récentes en matière d'émission de carburant.

5           A cet effet l'invention concerne un réservoir à carburant en matière plastique multicouche comprenant au moins une ouverture dans sa paroi et au moins une pièce en matière plastique qui obture l'ouverture, selon lequel la pièce est sulfonée sur au moins une partie en contact avec le volume intérieur du réservoir.

10           Par réservoir à carburant, on entend une enceinte fermée destinée à contenir du carburant, de formes diverses, généralement étanche vis-à-vis de l'extérieur, qui peut être équipée de divers accessoires internes ou traversant la paroi de l'enceinte. Le réservoir à carburant peut être un réservoir à gaz, un  
15           réservoir à liquide ou un réservoir destiné à contenir à la fois un gaz et un liquide. De préférence, il est un réservoir à carburant liquide ou un réservoir à carburant liquide contenant aussi une phase gazeuse de vapeurs de carburant, éventuellement mélangées à de l'air.

          Le vocable "carburant" désigne ici tout type de carburant utilisable dans les moteurs thermiques ainsi que dans les piles à combustibles. Il désigne  
20           particulièrement les hydrocarbures et les alcools de moins de 10 atomes de carbone, ainsi que leurs mélanges.

          Le réservoir à carburant selon l'invention, est un réservoir en matière plastique. Par matière plastique, on entend toute matière polymérique de synthèse, thermoplastique ou thermodurcissable se présentant à l'état solide dans  
25           les conditions ambiantes, ainsi que les mélanges d'au moins deux de ces matières. Les polymères visés comprennent aussi bien les homopolymères que les copolymères (binaires ou ternaires notamment). Des exemples de tels copolymères sont, de manière non limitative : les copolymères à distribution aléatoire (copolymères "statistiques"), les copolymères séquencés, les  
30           copolymères à blocs et les copolymères greffés. Les polymères thermoplastiques, y compris les élastomères thermoplastiques sont préférés.

          Les réservoirs à carburant en matière plastique selon l'invention se présentent sous la forme de réservoirs de structure multicouche. Les réservoirs comprenant au moins une couche de polyéthylène haute densité (PEHD) sont  
35           préférés. Des réservoirs particulièrement préférés sont ceux dont la structure comprend en outre au moins une couche interne en matériau barrière, c'est-à-dire

un matériau, généralement de nature polymérique, qui possède une très grande imperméabilité à certains liquides et gaz.

On peut, par exemple, faire usage de compositions barrière connues, telles que celles utilisées pour imperméabiliser les réservoirs à carburant. Des  
5 exemples de telles compositions barrière sont, de manière non limitative : les résines à base de polyamides ou copolyamides, les copolymères statistiques d'éthylène et d'alcool vinylique (EVOH), ou encore les polymères à cristaux  
liquides (LCP) thermotropiques tels que les copolyesters de l'acide p-hydroxybenzoïque et, soit de l'acide 6-hydroxy-2-naphtoïque, soit de l'acide  
10 téréphtalique et du 4,4'-biphénol (par exemple les copolyesters commercialisés sous les marques VECTRA® et XYDAR®).

Les réservoirs à carburant conformes à l'invention présentent une ou plusieurs ouvertures, c'est-à-dire une découpe de forme circulaire ou non, à travers la paroi du réservoir, présente pour des motifs divers. Un exemple de ces  
15 motifs est, par exemple, de pouvoir introduire, au moins partiellement, dans le réservoir un ou plusieurs accessoires qu'il n'est pas possible d'y incorporer lors de sa fabrication.

Avant de pouvoir utiliser le réservoir à carburant pour son usage habituel d'entreposage et de confinement de liquide et de gaz, il est donc nécessaire de  
20 concevoir et d'adapter un système d'obturation capable de fermer le plus hermétiquement possible le réservoir, après l'introduction d'au moins une partie de l'accessoire.

Selon l'invention, au moins une pièce en matière plastique obture l'ouverture dans la paroi du réservoir. De préférence, une seule pièce obture  
25 chaque ouverture du réservoir.

La pièce obturant l'ouverture est sulfonée, c'est-à-dire qu'elle a subi préalablement à son incorporation dans le réservoir conforme à l'invention, par exemple lors de sa fabrication, un traitement de sulfonation au moyen  
d'anhydride sulfurique.

30 Selon l'invention, la pièce est sulfonée sur au moins une partie en contact avec le volume intérieur du réservoir. Le plus souvent, cette pièce est sulfonée sur la totalité de sa partie qui est en contact avec le carburant liquide et/ou gazeux qui peut occuper le volume intérieur du réservoir. La pièce peut aussi avantageusement être sulfonée sur la totalité de sa surface extérieure.

La pièce en matière plastique qui obture l'ouverture dans la paroi du réservoir conforme à l'invention peut avoir été produite par différentes techniques de mise en forme, bien connues par elles-mêmes.

De préférence, cette pièce est sélectionnée parmi les pièces injectées, les  
5 pièces extrudées, les pièces soufflées et les pièces moulées par compression.

Selon une variante intéressante de l'invention, la pièce contient, au moins dans sa partie sulfonée, au moins 0,1 % en poids d'une polyalkylèneimine par rapport à la matière totale de la partie de pièce sulfonée. Plusieurs polyalkylèneimines différentes peuvent aussi se retrouver en mélange dans la  
10 pièce sulfonée.

De préférence, le groupe polyalkylène comprend une unité alkylène de 1 à 5 atomes de carbone. Les homo- ou les copolymères d'unités alkylèneimine conviennent indifféremment. Ces polymères peuvent être non substitués, branchés ou linéaires. Ils peuvent aussi être substitués sur au moins une partie  
15 des fonctions imine par des groupements alkyle ou acyle. La masse moléculaire moyenne de ces polyalkylèneimines peut généralement varier de 300 à 1000000. De préférence, cette masse moléculaire moyenne est d'au moins 1000. D'excellents résultats ont été obtenus avec la polyéthylèneimine.

La polyalkylèneimine peut être dispersée dans toute la masse de la pièce,  
20 lorsque celle-ci est sulfonée sur la totalité de sa surface. Elle peut encore ne se retrouver dispersée que dans la partie de la pièce qui a été sulfonée, lorsque cette pièce n'est sulfonée que sur une partie correspondant à une portion seulement de sa surface.

Selon une forme de réalisation préférée du réservoir conforme à  
25 l'invention, la pièce est un accessoire du réservoir à carburant. Par accessoire, on entend désigner tout organe en général par lequel transite du carburant liquide ou gazeux, ou est en contact avec du carburant liquide ou gazeux et qui remplit une fonction particulière propre au système à carburant dont fait partie le réservoir, en ce compris une fonction de transport de liquide et/ou de gaz entre deux autres  
30 organes

Des exemples de tels accessoires sont, de manière non limitative, les plaques d'obturation, les clapets de ventilation et/ou de fermeture du réservoir, les pipettes pour le passage de gaz et/ou de liquide, les dispositifs de connexion d'au moins un câble électrique et/ou d'au moins une fibre optique, les embases de  
35 connexion de modules pompe-jauge, les goulots de remplissage, les clapets de sécurité et les réservoirs auxiliaires à additif.

Le réservoir conforme à l'invention convient tout particulièrement bien pour être monté sur un véhicule automobile. Par le vocable "automobile", on entend désigner aussi bien les voitures, les camions et les motocyclettes.

L'invention concerne aussi un procédé pour fabriquer un réservoir à  
5 carburant en matière plastique multicouche comprenant au moins une ouverture dans sa paroi et au moins une pièce en matière plastique qui obture l'ouverture, selon lequel on effectue les étapes suivantes, dans l'ordre indiqué :

- a) on fabrique une partie au moins de la paroi du réservoir selon une technique de moulage comprenant au moins une opération choisie parmi le  
10 soufflage et la compression;
- b) on obture l'ouverture au moyen d'une pièce en matière plastique sulfonée;
- c) on solidarise la pièce obturant l'ouverture avec la paroi du réservoir.

Dans ce procédé, les termes communs ont la même signification que celle donnée *supra* dans la description du réservoir.

15 L'ouverture dans la paroi du réservoir peut avoir été réalisée lors de l'étape de fabrication de cette paroi. Alternativement, elle peut aussi avoir été faite après fabrication de cette paroi, dans une étape ultérieure d'usinage.

Dans une forme de réalisation préférée du procédé selon l'invention, on solidarise la pièce avec la paroi du réservoir par soudage. De préférence, on  
20 soude la pièce sur la paroi extérieure du réservoir.

Selon une mise en œuvre particulière du procédé selon l'invention, la pièce sulfonée a préalablement été fabriquée en trois étapes consistant, dans l'ordre, en :

- a) une première étape de moulage d'une matière plastique comprenant, au  
25 moins dans une partie de la pièce, au moins 0,1 % en poids d'au moins une polyalkylèneimine par rapport à la matière totale de la partie de pièce sulfonée ;
- b) une étape de sulfonation d'au moins la partie de pièce par contact avec du  $\text{SO}_3$  gazeux ou liquide;
- c) une étape finale de rinçage suivi de neutralisation d'au moins la partie de  
30 pièce sulfonée par contact au moyen d'une solution alcaline.

L'étape de moulage de la pièce peut se faire par toute technique connue en soi. La polyalkylèneimine est dispersée dans au moins une partie de la matière plastique de la pièce à cette étape de moulage. Un mélange maître à concentration de polyalkylèneimine dans la matière plastique élevée peut être  
35 préparé pour faciliter le dosage et améliorer l'homogénéité de la polyalkylèneimine dans au moins la partie de la pièce destinée à être sulfonée.

Des quantités adéquates de ce mélange maître sont ensuite mélangées à la matière plastique de la pièce destinée à être sulfonée lors de l'opération de moulage.

5 Selon une variante préférée du procédé conforme à l'invention, l'opération de moulage de la pièce est sélectionnée parmi les opérations d'injection, d'extrusion, de soufflage et de compression.

L'étape de sulfonation se fait au moyen d'anhydride sulfurique gazeux ou liquide. Pour fabriquer l'anhydride sulfurique, on peut utiliser avantageusement un balayage d'azote au travers d'un oléum.

10 La pièce sulfonée utilisée dans le procédé selon l'invention est une pièce qui a été sulfonée en dehors de ce procédé, indépendamment de celui-ci. Elle a subi, préalablement à son utilisation, par exemple lors de sa fabrication, un traitement de sulfonation au moyen d'anhydride sulfurique.

15 L'étape de rinçage s'effectue généralement avec de l'eau. De l'eau déminéralisée a donné de bons résultats.

Après rinçage, on procède à la neutralisation de la pièce sulfonée au moyen d'une solution aqueuse alcaline. La solution aqueuse alcaline comprend au moins un réactif alcalin. L'ammoniac peut être utilisé comme réactif alcalin. De préférence, on utilise comme réactif alcalin dans la solution de neutralisation au moins une polyamine.

Par polyamine, on entend désigner un composé qui comprend au moins deux fonctions amine. Les polyalkylène polyamines conviennent bien. De bons résultats ont été obtenus avec la triéthylène tétramine.

25 On peut aussi utiliser, en variante, une polyamine de la famille des alkylène polyamines. L'éthylène diamine a donné de bons résultats.

Un autre réactif alcalin préféré appartient à la famille des polyalkylène imines. Les polyalkylène imines pouvant convenir peuvent être non substituées, en chaîne linéaire ou ramifiée. Ces polyalkylène imines peuvent être, indifféremment, des homopolymères ou des copolymères. Elles peuvent être substituées sur les fonctions imine par des groupes acyle ou alkyle. Leur masse moléculaire moyenne peut généralement varier de 300 à 1000000. De préférence, leur masse moléculaire moyenne est d'au moins 1000. La polyéthylèneimine a donné d'excellents résultats comme réactif alcalin de neutralisation.

35 Alternativement, il est aussi possible d'utiliser comme réactif de neutralisation une solution aqueuse comprenant un mélange d'un ou plusieurs des réactifs alcalins cités ci-dessus.



Pendant l'étape de neutralisation, le composé alcalin est généralement présent dans la solution aqueuse à raison d'au moins 0,5 g/l de solution. De préférence, ce composé est présent à raison d'au moins 1 g/l de solution. La concentration de ce composé alcalin n'excède toutefois généralement pas 200 g/l de solution. De préférence, cette concentration n'excède pas 100 g/l de solution. Une concentration de 5 g/l de polyéthylèneimine dans l'eau a donné d'excellents résultats.

L'opération de neutralisation peut être effectuée dans une large gamme de températures, par exemple de 0 à 100 °C. De bons résultats ont été obtenus à température ambiante.

Les durées de l'étape de neutralisation sont généralement de 1 à 30 minutes et dépendent de la concentration en réactif alcalin et de la température utilisée. Une durée de 15 min à température ambiante pour une solution contenant 5 g/l de polyéthylèneimine a donné d'excellents résultats.

Après neutralisation, les pièces sont séchées, éventuellement après un rinçage à l'eau.

Les exemples qui suivent sont donnés afin d'illustrer l'invention, sans vouloir en restreindre sa portée.

#### Préparation de plaques sulfonées

Une résine de polyéthylène haute densité (PEHD) de marque FINACENE® 2245 a été utilisée pour préparer un mélange maître comprenant 3,2 g/100 g de mélange de polyéthylèneimine de marque LUPASOL® WF. Le mélange maître a été préparé dans une unité de malaxage à deux vis co-rotatives WERNER & PFEIDERER® ZSK 40 et extrudé sous forme de joncs de 3 mm de diamètre qui ont été coupés en granules de 3mm de long.

On a ensuite mélangé 7 % en poids de mélange maître avec 93 % de résine PEHD FINACENE® 2245 dans un mélangeur gravimétrique de marque MACGUIRE® WEIGHT SCALE BLENDER.

Le mélange résultant a ensuite été injecté à l'aide d'une presse d'injection de marque NESTAL® 60 à la vitesse de 80 mm/s pour une pression de maintien de 550 bar. La température de conditionnement du fourreau de la presse a été de 240 °C. Cette presse a débité dans un moule pour fournir des plaques carrées de 120 mm de côté et de 3 mm d'épaisseur, l'injection du mélange ayant été fait sous forme d'un film sur l'un des côtés du carré.

Un lot de 30 plaques a ensuite été sulfoné dans un réacteur tubulaire de laboratoire de 6 pouces de diamètre. On a d'abord séché le réacteur et les plaques

par balayage au moyen d'azote sec à 40 °C pendant 15 min. On a ensuite fait barboter le flux d'azote de balayage dans un oléum (solution de 63 % en poids de SO<sub>3</sub> dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), avant de l'introduire dans le réacteur, d'abord à raison d'environ 200 l/min pendant environ 4 min, jusqu'à apparition de fumées blanches, ensuite pendant 15 min à raison de 20 l/min.

On a ensuite balayé pendant 15 min avec de l'azote sec pour évacuer les vapeurs de SO<sub>3</sub>, après quoi on a enlevé les plaques du réacteur et on les a rincées au moyen d'un spray d'eau déminéralisée.

On a ensuite neutralisé les plaques par trempage dans une solution aqueuse de 5 g/l de polyéthylèneimine LUPASOL® WF pendant 15 min.

Les plaques ont ensuite été retirées du réacteur et séchées à l'air libre.

#### Mesure de la perméabilité des plaques sulfonées

Chaque plaque a été posée sur une face ouverte d'une cellule en acier parallélépipédique munie d'une canalisation d'entrée de liquide et remplie à moitié de son volume par un mélange comprenant 90 % en volume d'essence de marque HALTERMANN® RF02-99 et 10 % d'éthanol de qualité pour analyse. Un joint en fluoropolymère a été interposé entre la plaque et la cellule que l'on a maintenu assemblés par boulonnage.

L'essai a consisté à fermer la canalisation d'entrée de la cellule remplie à moitié du mélange carburant d'essence et d'éthanol, à la retourner afin que le carburant liquide entre en contact direct avec la platine. Après avoir conditionné le tout à 40 °C pendant 1 semaine, on a ensuite procédé à la mesure de la perméabilité de la plaque en s'inspirant de la norme SAE 2000-01-96 par détermination de sa perte de poids une fois par semaine jusqu'à obtention d'un régime de perte stable. On a ensuite tracé dans cette période stable une droite de perte de poids obtenue par régression linéaire et la perméabilité de la plaque a été exprimée en mg de carburant/jour.m<sup>2</sup>.

On a ainsi trouvé une perméabilité des plaques sulfonées de 20 à 40 mg carburant/jour.m<sup>2</sup> à 40 °C. La même mesure de perméabilité d'une plaque n'ayant pas subi de traitement de sulfonation a donné 28000 mg carburant/jour.m<sup>2</sup> à 40 °C.

#### Sulfonation de parties supérieures de clapets de ventilation destinées à être soudées sur une ouverture de paroi de réservoir

On a préparé un mélange maître de polyéthylèneimine comprenant 3 g / 100g de mélange de polyéthylèneimine dans une résine de PEHD selon le même mode opératoire que pour la préparation des plaques sulfonées, excepté

que le PEHD employé a été le polyéthylène LUPOLEN® 4261A en remplacement du polyéthylène FINACENE® 2245.

Après mélange mécanique de 7 % en poids de mélange maître avec 93 % de résine LUPOLEN® 4261A la matière a été injectée dans une presse d'injection dans l'installation d'un fabricant de clapets standards. Les parties supérieures de clapets ont ensuite été préchauffées à 76 °C pendant 1 heure et ont été sulfonées dans un réacteur tubulaire en PVC de 110 mm de diamètre, à raison de 10 parties supérieures de clapets par batch par balayage d'un mélange de 25 % en volume de SO<sub>3</sub> gazeux dans de l'azote sec préalablement obtenu par détente et mélange des deux gaz provenant de bouteilles de gaz liquéfiés. Le balayage s'est effectué pendant 15 min et on a ensuite neutralisé les parties de clapet par balayage du réacteur avec une solution aqueuse de 34,8 % molaire de NH<sub>3</sub> jusqu'à neutralisation complète du SO<sub>3</sub> résiduel.

Les parties de clapets ont ensuite été retirées du réacteur, rincées à l'eau déminéralisée et séchées à l'air libre.

#### Mesure de la perméabilité des parties supérieures de clapets sulfonées

On a soudé les parties supérieures de clapets (1) sur une ouverture de paroi (2) d'un réservoir tri-couche PEHD/EVOH/PEHD comme indiqué à la figure 1. Pour obtenir une soudure de bonne qualité, les trottoirs de soudure (3) ont subi un usinage afin d'éliminer la couche superficielle sulfonée sur une profondeur de 1 mm.

Les parties supérieures de clapets (1) soudées sur l'ouverture de paroi (2) ont été conditionnées pendant 20 semaines à 40 °C par trempage dans un carburant de type CE-10 produit par PHILLIPS CHEMICALS et comprenant un mélange de 90 % en volume de carburant normalisé C (norme ASTM D471) et 10 % en volume d'éthanol.

On a ensuite procédé à la mesure de perméabilité des parties de clapets dans une enceinte fermée ("SHED" ou Sealed Housing for Evaporative Determination) selon un protocole normalisé par le California Air Resource Board et l'Environmental Protection Agency sous le N° 40 CFR 86.117-96 avec des cycles diurne/nocturne de 24 heures et le même carburant de type CE-10 que celui utilisé pour le conditionnement par trempage.

La perméabilité mesurée a été d'environ 15 mg carburant/24 heures. Une même partie supérieure de clapet non sulfonée a donné un résultat de perméabilité de 30 à 50 mg carburant/24 heures.

## REVENDEICATIONS

1 - Réservoir à carburant en matière plastique multicouche comprenant au moins une ouverture dans sa paroi et au moins une pièce en matière plastique qui obture l'ouverture, caractérisé en ce que la pièce est sulfonée sur au moins une  
5 partie en contact avec le volume intérieur du réservoir.

2 - Réservoir selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la pièce est sélectionnée parmi les pièces injectées, les pièces extrudées, les pièces soufflées et les pièces moulées par compression.

3 - Réservoir selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la  
10 pièce contient, au moins dans sa partie sulfonée, au moins 0,1 % en poids d'une polyalkylèneimine par rapport à la matière totale de la partie de pièce sulfonée.

4 - Réservoir selon une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pièce est un accessoire du réservoir à carburant.

5 - Réservoir selon la revendication précédente, caractérisé en ce que  
15 l'accessoire est choisi parmi les plaques d'obturation, les clapets de ventilation et/ou de fermeture du réservoir, les pipettes pour le passage de gaz et/ou de liquide, les dispositifs de connexion d'au moins un câble électrique et/ou d'au moins une fibre optique, les embases de connexion de modules pompe-jauge, les  
20 goulots de remplissage, les clapets de sécurité et les réservoirs auxiliaires à additif.

6 - Réservoir selon une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est monté sur un véhicule automobile.

7 - Procédé pour fabriquer un réservoir à carburant en matière plastique multicouche comprenant au moins une ouverture dans sa paroi, obturée par une  
25 pièce en matière plastique sulfonée, caractérisé en ce qu'on effectue les étapes suivantes, dans l'ordre indiqué :

- a) on fabrique une partie au moins de la paroi du réservoir selon une technique de moulage comprenant au moins une opération choisie parmi le soufflage et la compression;
- 30 b) on obture l'ouverture au moyen d'une pièce en matière plastique sulfonée;
- c) on solidarise la pièce obturant l'ouverture avec la paroi du réservoir.

8 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce qu'on solidarise la pièce avec la paroi par soudage.

9 - Procédé selon une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisé en ce que la pièce sulfonée a préalablement été fabriquée en trois étapes consistant, dans l'ordre, en :

- 5 a) une première étape de moulage d'une matière plastique comprenant, au moins dans une partie de la pièce, au moins 0,1 % en poids d'au moins une polyalkylèneimine par rapport à la matière totale de la partie de pièce sulfonée ;
- 10 b) une étape de sulfonation d'au moins la partie de pièce par contact avec du  $\text{SO}_3$  gazeux ou liquide;
- c) une étape finale de rinçage suivi de neutralisation d'au moins la partie de pièce sulfonée par contact au moyen d'une solution alcaline.

10 - Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que l'opération de moulage est sélectionnée parmi les opérations d'injection, d'extrusion, de soufflage et de compression.

ABREGERéservoir à carburant en matière plastique multicouche et procédé pour fabriquer un tel réservoir

Réservoir à carburant en matière plastique multicouche comportant une pièce sulfonée obturant une ouverture dans la paroi du réservoir. La pièce sulfonée a été fabriquée indépendamment du réservoir.

Procédé de fabrication d'un réservoir comprenant une telle pièce sulfonée par moulage d'une paroi de réservoir par soufflage ou par compression, la paroi comprenant une ouverture et soudage de la pièce sulfonée sur la paroi du réservoir entourant l'ouverture.

Figure 1.

Abstract

**Title: MULTILAYER PLASTIC FUEL TANK AND METHOD FOR MANUFACTURING SUCH A TANK .**

Multilayer plastic fuel tank including a sulfonated piece sealing an opening in the wall of the tank. The sulfonated piece is manufactured separately from the tank.

Method for manufacturing such a tank including such a sulfonated piece by blow molding or compressing moulding a wall of the tank, the wall including an opening, and welding the sulfonated piece to the wall of the tank that surrounds the opening.

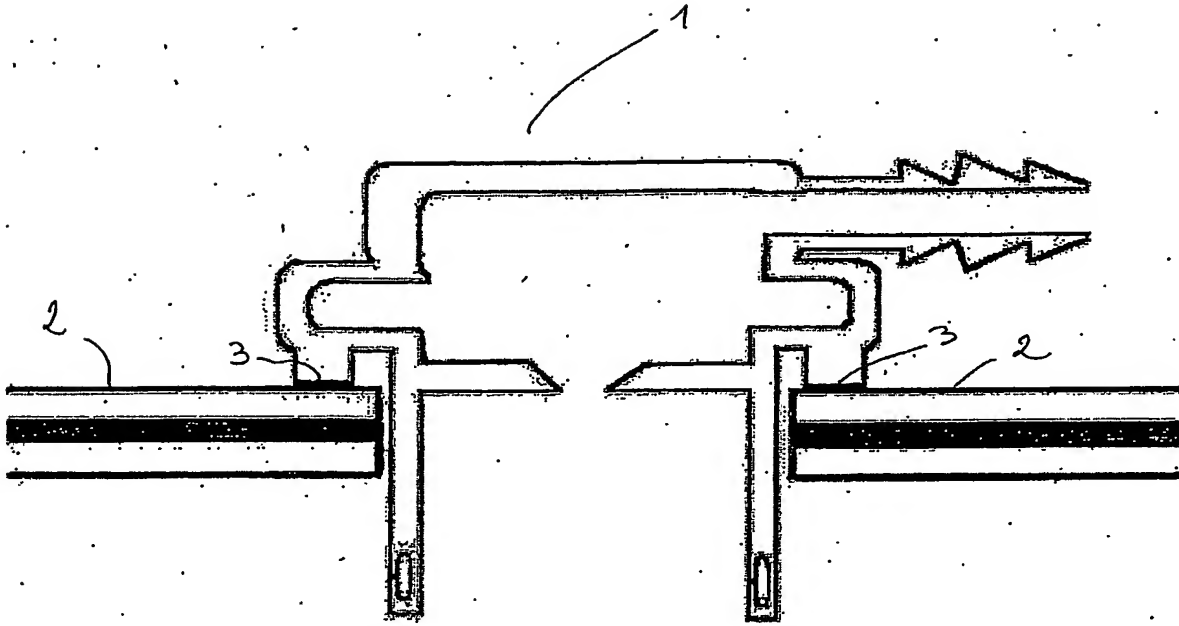


Figure 1



# United States Patent & Trademark Office

## Office of Initial Patent Examination

Application papers not suitable for publication

SN 60/457926

Mail Date 03/28/03

- ☒ Non-English Specification
- ☐ Specification contains drawing(s) on page(s) \_\_\_\_\_ or table(s) \_\_\_\_\_
- ☐ Landscape orientation of text    ☐ Specification    ☐ Claims    ☐ Abstract
- ☐ Handwritten    ☐ Specification    ☐ Claims    ☐ Abstract
- ☐ More than one column    ☐ Specification    ☐ Claims    ☐ Abstract
- ☐ Improper line spacing    ☐ Specification    ☐ Claims    ☐ Abstract
- ☐ Claims not on separate page(s)
- ☐ Abstract not on separate page(s)
- ☐ Improper paper size -- Must be either A4 (21 cm x 29.7 cm) or 8-1/2"x 11"
- ☐ Specification page(s) \_\_\_\_\_ ☐ Abstract
- ☐ Drawing page(s) \_\_\_\_\_ ☐ Claim(s)
- ☐ Improper margins
- ☐ Specification page(s) \_\_\_\_\_ ☐ Abstract
- ☐ Drawing page(s) \_\_\_\_\_ ☐ Claim(s)
- ☐ Not reproducible
- | <u>Reason</u>                                 | <u>Section</u>                                       |
|---|--|
| <input type="checkbox"/> Paper too thin       | <input type="checkbox"/> Specification page(s) _____ |
| <input type="checkbox"/> Glossy pages         | <input type="checkbox"/> Drawing page(s) _____       |
| <input type="checkbox"/> Non-white background | <input type="checkbox"/> Abstract                    |
|   | <input type="checkbox"/> Claim(s)                    |
- ☐ Drawing objection(s)
- ☐ Missing lead lines, drawing(s) \_\_\_\_\_
- ☐ Line quality is too light, drawing(s) \_\_\_\_\_
- ☐ More than 1 drawing and not numbered correctly
- ☐ Non-English text, drawing(s) \_\_\_\_\_
- ☐ Excessive text, drawing(s) \_\_\_\_\_
- ☐ Photographs capable of illustration, drawing(s) \_\_\_\_\_

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS.

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**